

# Metodología analítica para la determinación de microcontaminantes en lodo de depuradora

N. Pérez-Lemus\*, A. Díaz Curbelo\*\*, S.I. Pérez-Elvira\*\*\*, E. Barrado\*\*\*\*

\* Departamento de Ingeniería Química y Tecnología del Medio Ambiente, Escuela de Ingenierías Industriales, C/ Doctor Mergelina s/n, 47011, Valladolid, España

(E-mail: [nereida.perez@uva.es](mailto:nereida.perez@uva.es))

\*\* Departamento de Ingeniería Química y Tecnología del Medio Ambiente, Escuela de Ingenierías Industriales, C/ Doctor Mergelina s/n, 47011, Valladolid, España

(E-mail: [alina.diaz@uva.es](mailto:alina.diaz@uva.es))

\*\*\* Departamento de Ingeniería Química y Tecnología del Medio Ambiente, Escuela de Ingenierías Industriales, C/ Doctor Mergelina s/n, 47011, Valladolid, España

(E-mail: [sarape@iq.uva.es](mailto:sarape@iq.uva.es))

\*\*\*\* Departamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias, C/Paseo de Belén 9, 47011, Valladolid, España

(E-mail: [ebarrado@qa.uva.es](mailto:ebarrado@qa.uva.es))

## Resumen

El desarrollo de un método analítico se ha llevado a cabo para la determinación de 13 compuestos farmacéuticos y productos de cuidado personal en muestras de lodo de aguas residuales. El método de análisis consiste en una Microextracción en Fase Sólida en modo Inmersión Directa (DI-SPME) en fibra, seguida de una etapa de derivatización en fibra acoplada a Cromatografía de Gases y Espectrometría de Masas (GC-MS). Los resultados fueron realmente satisfactorios para 10 de los compuestos de interés, obteniendo límites de detección por debajo de 50 ng/g y de cuantificación por debajo de 100 ng/g. Esta metodología analítica fue aplicada de forma exitosa en muestras reales de lodo de depuradora de Valladolid.

## Palabras clave

PPCPs, DI-SPME, derivatización, GC-MS, lodo de depuradora

## Sesión 2.- Comportamiento de microcontaminantes en EDAR

### INTRODUCCIÓN

El empleo de fangos de Estaciones Depuradoras de Aguas Residuales (EDAR) urbanas como abono en sustitución de fertilizantes químicos ha producido un creciente interés en los contaminantes orgánicos acumulados en lodos de EDAR debido a su carácter hidrofóbico. Este estudio muestra el desarrollo de un método analítico que permite la determinación de compuestos farmacéuticos y productos de cuidado personal (PPCPs) en muestras de lodo de la EDAR de Valladolid.

### METODOLOGÍA

Se ha llevado a cabo un estudio para el análisis de 13 contaminantes emergentes entre los que se encuentran naproxeno, ibuprofeno (antiinflamatorios), triclosan (desinfectante) o bisfenol A (disruptor endocrino) en muestras de lodo de depuradora. Dicho estudio consiste en la optimización de parámetros experimentales del pretratamiento de muestra (extracción, limpieza, filtración...) seguido de la validación de método completamente automatizado basado en una Microextracción en Fase Sólida en modo Inmersión Directa (DI-SPME) utilizando una fibra de Divinilbenzeno/Carboxen/Polidimetilsiloxano (DVB/CAR/PDMS) seguida de la derivatización en fibra con N-metil-N-tert-

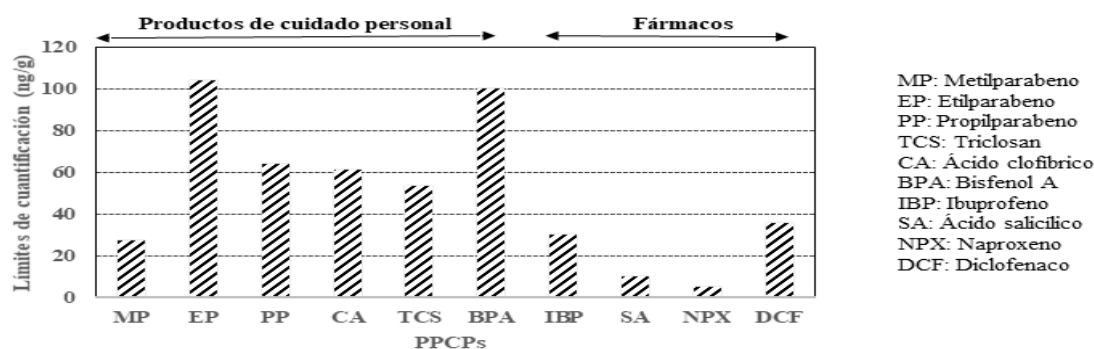
butildimetilsililtrifluoroacetamida (MTBSTFA) acoplado a Cromatografía de gases y Espectrometría de Masas (GC-MS). El método analítico se ha aplicado a muestras reales de lodo mixto procedente de la EDAR urbana de Valladolid.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La optimización de parámetros experimentales relacionados con el pretratamiento de muestra se llevó a cabo, observándose los resultados en negrita:

- Disolvente de extracción: Agua MilliQ; **Agua MilliQ con 5% MeOH**
- Técnica de extracción: Extracción asistida por ultrasonidos (UAE); **extracción asistida por microondas (MAE)**
- Etapa de limpieza: **Alúmina 100°C**; silicagel 100°C; C<sub>18</sub>; Hexano
- Filtración: **Filtro de jeringa**; filtración a vacío

Una vez optimizados dichos parámetros se realizó la validación del método analítico teniendo en cuenta parámetros como linealidad, sensibilidad, precisión o efecto matriz para la determinación de 13 PPCPs. La cuantificación del método se llevó a cabo a través de una curva de calibración en matriz (matrix-matched). Entre los resultados más importantes se encuentran los límites de detección (LOD) por debajo de 50 ng/g y cuantificación (LOQ) inferiores a 100 ng/g, así como una desviación estándar relativa (%RSD) inferior al 20% para 10 PPCPs.



**Figura 1. Límites de cuantificación del método de validación para 10 PPCPs**

Una vez realizada la validación del método de análisis, se aplicó a muestras reales de lodo mixto (15% sólidos totales) de la EDAR de Valladolid.

**Tabla1. Resultados de las aplicaciones a muestras reales**

PPCPs	MP	EP	PP	TCS	BPA	CA	IBP	SA	NPX	DCF
LOD (ng/g)	18	72	47	280	28	95	6	6	4	66
LOQ (ng/g)	5	22	12	84	8	28	2	2	1	20
[ ]fango (ng/g)	250	100	52.5	2300	875	150	425	2500	175	130

## AGRADECIMIENTOS

Los autores están agradecidos al Gobierno de España (MINECO-CTM2015-70722-R) por su apoyo financiero, así como a la Junta de Castilla y León y a la Unión Europea a través del programa de financiación FEDER (UIC 071, CLU 2017-09 y Red Novedar).

## REFERENCIAS

López-Serna, R., Marín-de-Jesús, D., Irusta-Mata, R., García-Encina, P.A., Lebrero, R., Fdez-Polanco, M. y Muñoz, R. (2018) Multiresidue analytical method for pharmaceuticals and personal care products in sewage and sewage sludge by online direct immersion SPME on-fiber derivatization – GCMS. *Talanta* **186**, pp. 506-512.